

Automatische Abrauchmaschine für Serienanalysen

von F. Seehofer, H. Barkemeyer und H. Borowski

Wissenschaftliche Abteilung der British American Tobacco Co. (C. E.) GmbH

Wir berichteten in „Die Tabakforschung“ Nr. 13, März 1959, über eine Abrauchmaschine für betriebliche Serienanalysen. Die Maschine verbrauchte 15 Cigaretten bei einer Zugfrequenz von 2 Zügen pro Minute; die Zugdauer betrug 2 sec. Die festflüssigen Rauchbestandteile wurden nach Wahl¹ in einer Wattesäule niedergeschlagen.

Da sich bei dieser Versuchsanordnung Strömungsverhältnisse und Zugwiderstände während des Rauchvorganges verändern, haben wir unsere Rauchmaschine nunmehr mit einer elektrostatischen Niederschlagsvorrichtung² ausgestattet. In die bisher verwendete, nicht gefüllte Watteröhre wird von unten eine Sprühkathode eingeführt, die an einen Hochspannungsgenerator von 20 000 V angeschlossen wird. Um die Außenwand der Glasröhre wird eine Kupferspirale gelegt und als Masse geschaltet. Zwischen Sprühkathode und Masse entsteht ein elektrostatisches Feld von 20 000 V, in welchem die gesamten festflüssigen Rauchkondensateile an der inneren Wandung der Glasröhre niedergeschlagen werden. Diese Art der Rauchniederschlagung verändert in keiner Weise die Strömungsverhältnisse im Inneren der Rauchapparatur und liefert exakte und reproduzierbare Werte.

Gegenwärtig werden die Rauchanalysen nach zwei verschiedenen Bedingungen durchgeführt:

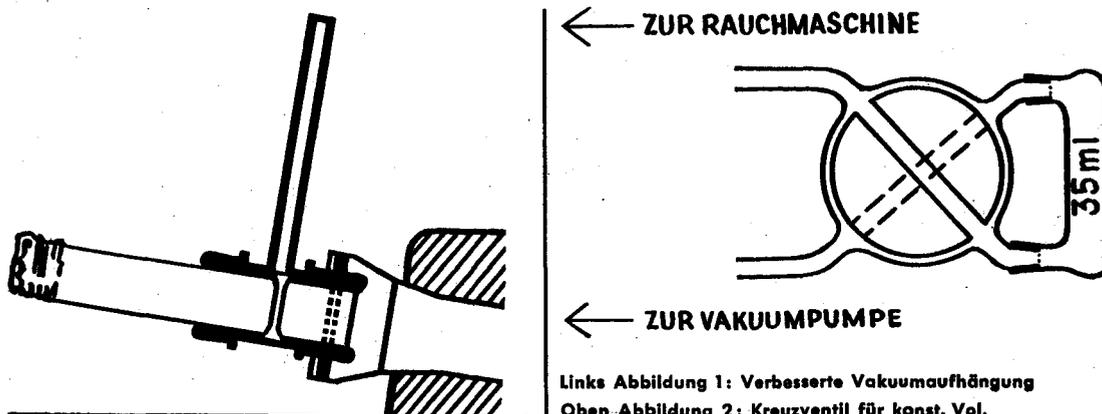
- a. 2 Züge pro min, 2 sec Zugdauer, 40 ml Zugvolumen,
- b. 1 Zug pro min, 2 sec Zugdauer, 35 ml Zugvolumen.

Bei der sich abzeichnenden Tendenz, die Rauchmethodik aus angelsächsischen Ländern (Bedingung b) zu übernehmen, lag es nahe, unsere Rauchmaschine auch wahlweise auf diese Definition umzustellen. Dies gelingt in sehr einfacher und eleganter Weise durch Zwischenschaltung eines Zeitrelais. Statt 15 Cigaretten werden nunmehr für eine Rauchanalyse 14 Cigaretten verwendet. Das Loch für die 15. Cigarette wird mit einem Filterstab mittleren Zugwiderstandes bestückt. Nachdem der drehbare Rauchkopf mit den Cigaretten eine Umdrehung vollendet hat, wird er über einen Mitnehmer vom Zeitrelais ausgeschaltet und verweilt auf dem Zugloch der 15. Cigarette (d. h. des Filterstabes) so lange, bis nach insgesamt genau 60 sec der zweite Zug nach dem Ablauf des Zeitrelais erfolgt. Der Unterdruck in der Apparatur wird nicht aufgehoben.

Zur besseren Reproduzierbarkeit der Rauchnikotinwerte wurde die Vakuumaufhängung der Cigaretten (künstliche Lippe) zusätzlich mittels einer Simmeringdichtung befestigt.

Durch Verwendung eines Synchronmotors statt des bisher verwendeten Antriebs-elementes läßt sich außerdem über eine Potentiometerschaltung die Zugzeit genauestens regulieren.

Verschiedene Autoren^{3 4} und unsere eigenen Untersuchungen zeigten, daß das Zugvolumen einen außerordentlichen Einfluß auf die Menge des insgesamt gebildeten Rauchkondensats ausübt. Dagegen scheint es von untergeordneter Bedeutung zu sein, ob das definierte Volumen innerhalb 1,9 oder 2,1 sec gezogen wird. Wir waren daher bestrebt, unsere Apparatur auch in dieser



Richtung zu verbessern, zumal die Erzeugung eines definierten Volumens aus den Faktoren Strömungsmenge und Zeit immer noch von der Zügigkeit der zu verrauchenden Cigaretten abhängt. Das gleichmäßige Arbeitsprofil einer mit konstantem Volumen betriebenen Apparatur läßt sich durch die Kurvencharakteristik eines Unterdruckschreibers (Polygraph) bestätigen. Es wird offenbar, daß Änderungen der Zugwiderstandsverhältnisse bei volumengenauen Apparaturen von viel geringerem Einfluß sind als bei zeitgenauen Apparaturen, die ihr Volumen aus gleichen Strömungsmengen dosieren.

Wir haben daher auf die Verwendung eines Strömungsmessers verzichtet und das Zugvolumen über ein Kreuzventil (Abb. 2) aus einem Vakuumbehälter mit konstantem Inhalt erzeugt. Auf diese Weise wird erreicht, daß unabhängig vom Zugwiderstand der verrauchten Cigaretten bei jedem Zug genau gleiche Volumina gezogen werden. Die Öffnungen des Ventilhahnes sind so bemessen, daß das konstante Volumen nunmehr in maximal 2 sec angesogen wird. Die Verwendung des Kreuzventils mit dem volumenkonstanten Behälter hat zudem den Vorteil, daß hier auf die Verwendung eines Zeitrelais verzichtet werden kann und die volle Rauchleistung von 15 Cigaretten pro Versuch erreicht wird. Bei einer Zugfrequenz von 1 Zug pro min wird der Ventilhahn mit einer Bohrung und einem Volumenbehälter versehen, so daß bei dieser Versuchsanordnung nur jede zweite Cigarette gezogen wird, d. h. bei zwei Umdrehungen pro min wird jede Cigarette einmal innerhalb 60 sec gezogen. — Bei einer Zugfrequenz von 2 Zügen pro min ist lediglich ein Ventilhahn mit zwei Bohrungen und zwei Volumenbehältern zu verwenden, so daß nicht wie im ersten Fall jede zweite, sondern jede Cigarette gezogen wird.

Die automatische Abrauchmaschine ist also für zwei Rauchmethoden verwendbar:

1. Zeitgenau (Volumendosierung über Rotamesser; Zugfrequenzen durch Zeitrelais wahlweise ein- oder zweimal pro min, Zugdauer über Potentiometer bei Verwendung eines Synchronmotors).
2. Volumengenau (Volumendosierung durch Kreuzventil mit konstantem Volumenbehälter; Zugfrequenz durch Anzahl der Ventilbohrungen und Volumenbehälter wahlweise ein- oder zweimal pro min).

Das auf der Innenwand der Glasröhre elektrostatisch niedergeschlagene Rauchkondensat enthält das gesamte Rachnikotin. Unmittelbar nach Beendigung des Abrauchens wird die Glasröhre in die hierfür bestimmte Destillationsapparatur eingesetzt (Abb. 3). In den Destillationskolben wird ein Gemisch aus 2-n Essigsäure und Aceton gegeben und Wasserdampf eingeleitet. Die zunächst

entweichenden Acetondämpfe kondensieren in der Niederschlagsröhre und spülen dadurch das Rauchkondensat in den Kolben ab. Bei der nun folgenden Wasserdampfdestillation werden überschüssiges Aceton und alle aus essigsaurer Lösung wasserdampf-flüchtigen Substanzen (ätherische Öle, Wachse, „Pyridine“) entfernt. Nach dieser Vordestillation (Dauer etwa 10 min) wird mit 10–15 ml konz. NaOH alkalisiert und das Nikotin übergetrieben. Die Nikotinbestimmung im Wasserdampfdestillat erfolgt gravimetrisch mit Kieselwolframsäure oder besser UV-spektrometrisch. Für die UV-spektrometrische Nikotinbestimmung sind in letzter Zeit exakte und reproduzierbare Meßmethoden bekannt geworden^{5,6}:

Gleiche, aliquote Teile des Destillates werden einmal mit Wasser, zum anderen mit Wasser unter Zusatz von Säure, auf ein bestimmtes Endvolumen verdünnt. Die Differenz der bei 259 m μ gemessenen Extinktionswerte ist der Nikotinkonzentration der Lösung proportional. Bei Verwendung eines Doppelstrahl-Photometers können beide Lösungen gleichzeitig gemessen werden.

ZUSAMMENFASSUNG

Es wird über weitere Verbesserungen der automatischen Abrauchmaschine berichtet. Die Abscheidung der festflüssigen Rauchphase erfolgt an der Innenwand einer Glasröhre durch ein elektrostatisches Feld von 20000 V. Durch Verwendung eines Kreuzventils läßt sich die Maschine auch als volumenkonstante Apparatur verwenden. Dies ist deshalb von Vorteil, weil Schwankungen im Zugwiderstand bei den einzelnen Cigaretten dadurch bedeutungslos werden. Die Bestimmung des Nikotins erfolgt nach Wasserdampfdestillation gravimetrisch oder durch UV-Spektrometrie.

SUMMARY

Further improvements of the automatic smoking machine are described. The precipitation of the particulate phase at the inner surface of a glass tube is achieved by an electrostatic field of 20000

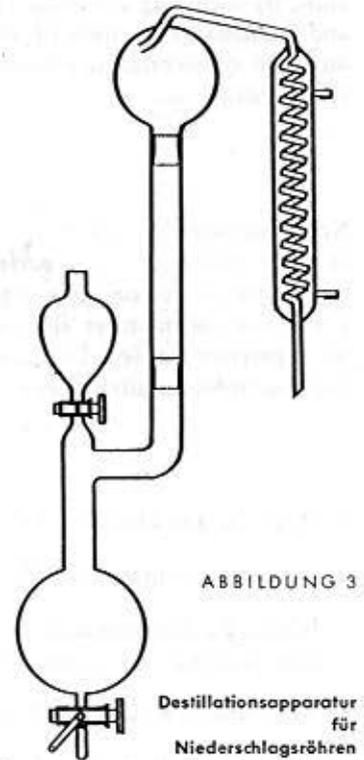
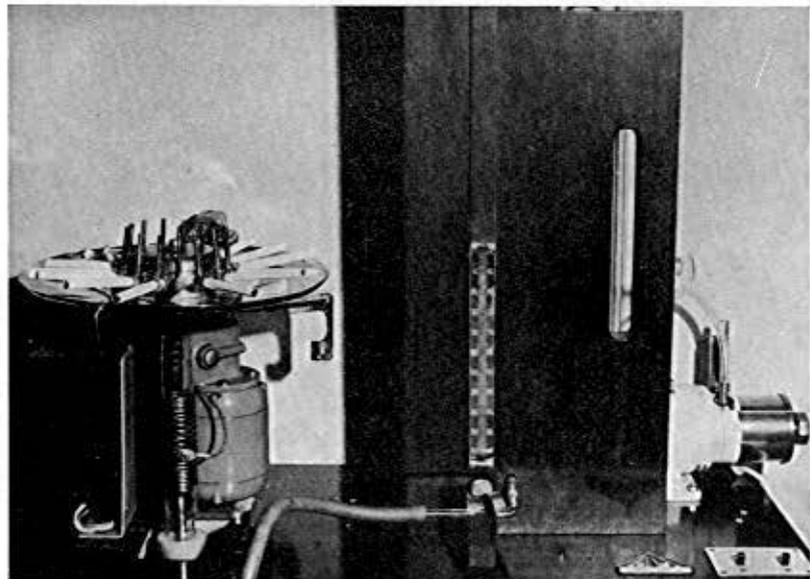


ABBILDUNG 3

ABBILDUNG 4



Rauchmaschine,
Vorderansicht

volts. By including a crossed valve into the machine it is possible to obtain constant puff volumes and minimize the effect of differences in the pressure drop of the smoked cigarettes. Determination of nicotine is effected by aid of gravimetry or ultraviolet spectrometry subsequent to steam distillation.

RÉSUMÉ

Nous décrivons des perfectionnements de la machine à fumer automatique. La précipitation de la phase particulaire à la surface intérieure d'un tube de verre est effectuée par un champ électrostatique de 20 000 volts. Une soupape croisée introduite dans la machine permet de travailler à volumes constants et éliminer les influences de fluctuations dans la résistance de l'aspiration des cigarettes fumées. Le dosage de la nicotine est opéré à l'aide de moyens gravimétriques ou par spectrométrie ultraviolette suivant distillation de vapeur de l'eau.

LITERATUR

1. Wahl, R. und Heil, O.: Tabakforschung, Sonderheft Juli 1953, S. 16-20.
2. Cigarette Components Ltd.
3. Waltz, P., Häusermann, M. und Nyári, E.: Mitteilungen aus dem Gebiet der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene 50 (1959), S. 177.
4. Newsome, J. R. und Keith, C. H.: Tobacco Science, Vol. I, (1957) S. 60.
5. Kuhn, H.: Fachliche Mitt. d. Österr. Tabakregie, 1959, 3. Heft, S. 1.
6. Barkemeyer, H. und Seehofer, F.: Z. Lebensmitt.-Untersuch., Band 108, S. 50.

*Anschrift der Verfasser: Wissenschaftliche Abteilung, British American Tobacco Co. (C.E.) GmbH
Hamburg 36, Esplanade 39*

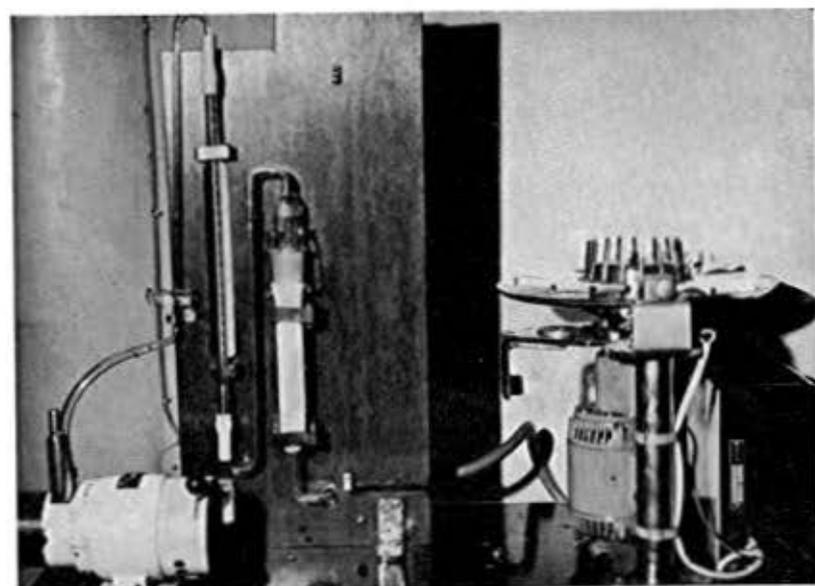


ABBILDUNG 5

Rauchmaschine,
Rückansicht